

© EPODOC / EPO

PN - JP10219426 A 19980818  
PD - 1998-08-18  
PR - JP19970035513 19970204  
OPD - 1997-02-04  
TI - MEMBER FOR SEMICONDUCTOR MANUFACTURING PROCESS  
IN - NIIMURA YOSHIHIRO, TAKAYAMA HIROKAZU, HARADA YOSHIO, NAKAHAMA SHUHEI, MIYASAKA MATSUSUKE, SUGIMOTO KATSUHIISA, TAKEUCHI JUNICHI  
PA - TOCALO CO LTD; EBARA CORP  
IC - C23C10/50  
AP - JP19970035513 19970204

© WPI / DERWENT

AN - 1998-502093 [43]  
TI - Composite piping for semiconductor device manufacturing apparatus e.g. plasma etching apparatus - has aluminium diffusion layer, aluminium layer and aluminium oxide film formed on metallic base board  
AB - J10219426 The composite member has a metal base board (1) on whose surface is an aluminium diffusion layer (2) formed by penetration of aluminium into base board and an aluminium layer (3). An aluminium oxide film (4) is formed on the aluminium layer.  
- USE - Used in oxidation furnaces, CVD apparatus, epitaxial growth apparatus, ion implantation equipment, diffusion furnace, reactant ion etching apparatus, inlet and outlet of air for fan and vacuum pump.  
- ADVANTAGE - The composite member has improved sputtering-proof property, halogen compound proof property and blast-proof erosion property and superior corrosion resistance to halogen compound excited by plasma. Manufacture is cost effective. Parts like small fasteners can be produced accurately. Ensures stable operation of apparatus for long term. Offers high productivity and durability.  
- (Dwg.1/3)  
IW - COMPOSITE PIPE SEMICONDUCTOR DEVICE MANUFACTURE APPARATUS; PLASMA ETCH APPARATUS ALUMINIUM DIFFUSION LAYER ALUMINIUM LAYER ALUMINIUM OXIDE FILM FORMING METALLIC BASE BOARD  
PN - JP10219426 A 19980818 DW199843 C23C10/50 010pp  
IC - C23C10/50  
MC - L04-D10 M13-D01B  
- U11-C09X  
DC - L03 M13 U11  
PA - (EBAR ) EBARA CORP  
- (TOCA-N) TOCALO CO LTD

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

AP - JP19970035513 19970204

PR - JP19970035513 19970204

© PAJ / JPO

PN - JP10219426 A 19980818

PD - 1998-08-18

AP - JP19970035513 19970204

IN - MIYASAKA MATSUSUKE, IMAKAWA SHUHEI, TAKAYAMA HIROKAZU, IIMURA YOSHIHIRO, HARADA YOSHIO, TAKEUCHI JUNICHI, YUGIMOTO KATSUHIRO

PA - EBARA CORP, TOCALO CO LTD

TI - MEMBER FOR SEMICONDUCTOR MANUFACTURING PROCESS

AB - PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a stock having high durability to the corrosion and erosion damage, e.g. of equipment used in a semiconductor manufacturing process, particularly a dry process, by forming an aluminum diffusion layer on the part in the vicinity of the surface of a metallic base material and improving sputtering resistance, halide resistance, and blast erosion resistance.

- SOLUTION: A metallic Al layer is formed on a metallic base material 1 by a thermal spraying and diffusing method or a PVD method and then heated at a temp. not lower than the melting point of Al, or a film having an Al diffusion layer is formed on a stainless steel, an Ni-base alloy, etc., by a hot-dip Al coating method and a fusing method. By the above procedure, a diffusion layer 2, resultant from Al infiltrated into the base material, and an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer 4 are formed, or, a diffusion layer 2 resultant from Al infiltrated into the base material is formed in the metallic base material 1 by a powder diffusion method. By using equipment for semiconductor manufacturing process, etc., constituted of this corrosion resisting member, a stable operation can be maintained over a long period.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-219426

(43)公開日 平成10年(1998) 8月18日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C 2 3 C 10/50

識別記号

K F I

C 2 3 C 10/50

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 10 頁)

(21)出願番号 特願平9-35513

(22)出願日 平成9年(1997) 2月4日

(71)出願人 000000239

株式会社荏原製作所

東京都大田区羽田旭町11番1号

(71)出願人 000109875

トーカロ株式会社

兵庫県神戸市東灘区深江北町4丁目13番4号

(72)発明者 宮坂 松甫

神奈川県藤沢市本藤沢4丁目2番1号 株式会社荏原総合研究所内

(74)代理人 弁理士 渡邊 勇 (外2名)

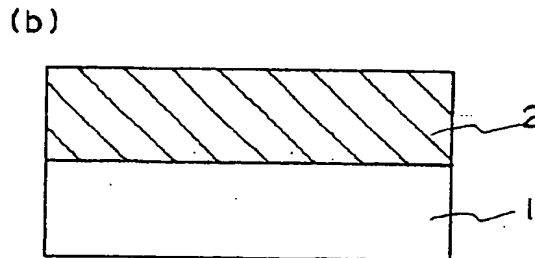
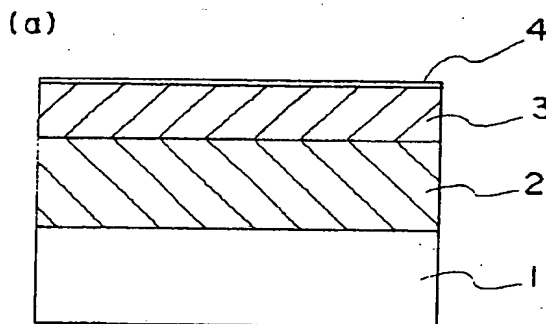
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 半導体製造プロセス用部材

(57)【要約】

【課題】 半導体製造プロセス、特にドライプロセスにおいて使用されている各種装置および付属装置としての給排気ファン、真空ポンプ、配管、弁類などで発生しているハロゲン化合物（含む原子状のハロゲン）および $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 、 $\text{Si}$ 、 $\text{W}$ などの微細な粉末状の固形物などに起因する腐食とエロージョン損傷に対する耐久性の高い素材を提供する。

【解決手段】 金属母材の表面近傍にアルミニウム拡散層2を形成して、耐スパッタリング性、耐ハロゲン化合物性および耐プラストエロージョン性を向上させた。



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## 【0011】

【課題を解決するための手段】本発明では、前記の技術的課題を解決するため、次に示すような手段を採用した。すなわち、請求項1に記載の発明は、金属母材の表面近傍にアルミニウム拡散層を形成して、耐スパッタリング性、耐ハロゲン化合物性および耐ブラストエロージョン性を向上させたことを特徴とする半導体製造プロセス用部材である。

【0012】このような構成においては、アルミニウム拡散層を有する被覆が、基材質と冶金的に結合するとともに硬質化するため、機械的衝撃を受けても剥離することがない。また、アルミニウム拡散層は基材質の種類によって、 $\text{FeAl}_x$ 、 $\text{NiAl}_x$ 、 $\text{CoAl}_x$ などの金属間化合物を形成するが、これらの化合物は硬く耐エロージョン性に優れるとともに、原子状のハロゲン元素を含むハロゲン化合物に対しても強い化学的抵抗力を発揮する。さらにこれらの金属間化合物はプラズマ環境中において、耐スパッタリング性にも優れており、基材の長寿命化をはかることができる。

【0013】請求項2に記載の発明は、前記アルミニウム拡散層の表面層のアルミニウム濃度が15wt%以上であり、拡散したアルミニウムが、 $\text{Fe}_3\text{Al}$ 、 $\text{FeAl}$ 、 $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{FeAl}_3$ 、 $\text{NiAl}_3$ 、 $\text{Ni}_2\text{Al}_3$ 、 $\text{NiAl}$ 、 $\text{Ni}_3\text{Al}$ 、 $\text{Co}_2\text{Al}_9$ 、 $\text{Co}_4\text{Al}_{12}$ 、 $\text{Co}_2\text{Al}_5$ 、 $\text{CoAl}$ 、 $\text{CrAl}_7$ 、 $\text{Cr}_2\text{Al}_{11}$ 、 $\text{Cr}_4\text{Al}_9$ 、 $\text{Cr}_5\text{Al}_9$ 、 $\text{Cr}_2\text{Al}$ からなるグループから選ばれる1種以上の金属間化合物を構成していることを特徴とする請求項1に記載の半導体製造プロセス用部材である。Alが15wt%より少ないと耐食性に乏しい。なお、45wt%以上の拡散層の形成は技術的に困難である。

【0014】請求項3に記載の発明は、前記アルミニウム拡散層が不可避な不純物を含む工業用アルミニウムもしくは珪素を2～12wt%含むアルミニウム合金によって処理されたものであることを特徴とする請求項1に記載の半導体製造プロセス用部材である。

【0015】請求項4に記載の発明は、前記母材は高炭素金属材料であり、その表面を脱炭させた後、前記アルミニウム拡散層を形成したことを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の半導体製造プロセス用部材である。これにより、被処理部材が鋳鉄のように黒鉛を有している場合には、必要に応じ、その表面を脱炭後アルミニウム拡散層を有する被覆処理を行うことによって、本発明の目的を達成することができる。

【0016】請求項5に記載の発明は、前記アルミニウム拡散層の表層にさらに金属アルミニウム層及び酸化アルミニウム層を形成したことを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記載の半導体製造プロセス用部材である。

## 【0017】

【発明の実施の形態】本発明を実施するための具体的技術手段とこの方法で得られたアルミニウム拡散層の作用を説明する。

【0018】(1) アルミニウム拡散層を形成するための表面処理法

① 電気アーク、可燃性ガスの燃焼炎、ガスプラズマなどの熱源を用いた溶射法によって金属製基材上に金属Alの皮膜を形成した後、これをAlの融点660℃以上の温度で0.5～3時間加熱する（溶射拡散法）。

② 真空容器中に金属製基材を設置した後、電子ビームによって金属Alを蒸発させるとともに基材表面に成膜させ、これを真空容器中もしくは大気中で①項と同様な熱処理を行う（PVD法）。

③ 金属Al粉末またはAl-Ni、Al-Fe、Al-Cr、Al-CoなどのAl合金粉末と $\text{Al}_2\text{O}_3$ の混合粉末中に0.5～3%の塩化アンモニウム（ $\text{NH}_4\text{Cl}$ ）を添加し、この中に金属製基材を埋没させた後、アルゴンガスまたは水素ガスを流しつつ660～1000℃の温度で0.5～10時間加熱する（粉末拡散法）。

④ AlあるいはAl-Si合金を加熱溶融した後、この中に金属基材を浸漬することによって、Al拡散層を有する皮膜を形成する。ステンレス鋼やNi基合金などを溶融Alめっき処理を行うと、Al濃度の高い合金層が形成される。この合金層は脆いが、熱処理、例えば700～950℃で0.5～3時間電気炉中で加熱するとAl濃度が低下して脆さがなくなるので好都合である。Al-Si合金を用いるとAl拡散層中にも多少Si量が増加するが、Si量が2～12wt%未満であれば、本発明の目的の妨げとはならない（溶融Alめっき法、溶融法）。

【0019】(2) アルミニウム拡散層の作用

以上のような方法によって得られる処理層においては、すべて基材成分とAlの冶金反応によって基材と強固に密着したAl拡散層が形成される。粉末拡散法では、処理層のすべてがAl拡散層から構成され、溶射拡散法、PVD法、溶融Alめっき法では、熱処理条件によってAl拡散層の上に金属Alが残存することがあるが、この金属Al層の表面にも $\text{Al}_2\text{O}_3$ 皮膜が生成し、この皮膜も耐食性を発揮するので、金属Al層を除去する必要はない。

【0020】図1は、本発明の方法によって得られるAl拡散層を有する処理層の断面を示したものである。図中の(a)は、溶射拡散法、PVD法および溶融Alめっき法で得られる処理層、(b)は粉末拡散法によって得られるそれぞれ代表的な処理層である。図中の1は金属製基材、2はAl拡散層、3は金属Al層、4は $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層である。

【0021】本発明の目的に用いる金属製基材としては、炭素鋼、Cr鋼、Ni-Cr鋼、Ni基合金、鋳鉄、鋳鋼などAlと冶金的反応を示す材料であればすべ

て使用することができる。なお、鋳鉄のように黒鉛を有する材料は、予め大気中で800~900℃、0.5~5時間の熱処理を行って黒鉛を除いておくこと一層耐食性に優れたAl拡散層が得られる。

【0022】なお、Al拡散層中で生成する金属間化合物は、金属製基材成分が種類によって相違するが、概ね、

Fe系成分： $Fe_3Al$ 、 $FeAl$ 、 $FeAl_2$ 、 $FeAl_3$

Ni系成分： $NiAl_3$ 、 $Ni_2Al_3$ 、 $NiAl$ 、 $Ni_3Al$

Co系成分： $Co_2Al_3$ 、 $Co_4Al_{13}$ 、 $Co_2Al_5$ 、 $CoAl$

Cr系成分： $CrAl_7$ 、 $Cr_2Al_{11}$ 、 $Cr_4Al_9$ 、 $Cr_5Al_8$ 、 $Cr_2Al$

などが主なものである。これらの金属間化合物は、それぞれの基材に比較して硬度が上昇するため、耐エロージョン性が向上する特徴がある。

【0023】本発明では、Alの金属間化合物を有する拡散層の存在を必須とするが、品質管理上は、前記金属間化合物の種類のいかに問わず、拡散層中のAl濃度を規定すれば足りる。すなわち、拡散法で得られる拡散層中のAl濃度は15~45wt%の範囲にあるものが、ハロゲン化合物に対する腐食作用とエロージョンにも強い抵抗を発揮する。Alが15wt%より少ないと耐食性に乏しく、また45wt%以上の拡散層の形成は技術的に困難である。他の処理法で形成されるAl層（図1の4）の濃度はその下層部に前記濃度のAl拡散層が存在する場合は規定しない。

【0024】〔実施例1〕本実施例では、金属材料に本発明のAl拡散層を有する表面処理を施したものの弗化物ガス中における耐食性を無処理の金属材料と比較検討した。

(1) 本発明の実施例の試験片

次に示す各材料を母材として、幅20×長さ30×厚さ3mmの形状に仕上げた後、粉末拡散法により850℃×8時間のAl拡散処理を行った。この処理で得られるAl拡散層の最表面部のAl濃度は材質により相違するが、15~32%の範囲にあった。

- ① 炭素鋼 (SS400)
- ② 片状黒鉛鋳鉄 (FC200)
- ③ 球状黒鉛鋳鉄 (FCD400)
- ④ クロム鋼 (SUS410)
- ⑤ ステンレス鋼 (SUS304)

(2) 比較用の試験片

比較用の試験片として無処理の前記①~⑤の材料を供試した。

【0025】(3) 腐食試験装置および腐食条件

図2に腐食試験装置を示す。試験片21を電気炉22の中心部に設けられたステンレス鋼管23の内部の設置台26上に静置した後、腐食性のガス24を左側から流す。配管途中に設けた石英放電管25に出力600Wのマイクロ波を負荷させて、腐食性ガスの活性化を促すようにしている。活性化した腐食性のガスは電気炉中に導かれ、試験片21を腐食した後、右側から系外に放出される。このような腐食試験装置を用い、試験片温度180℃、腐食性ガス $CF_4$ を150ml/min、 $O_2$ を75ml/minを流しつつ10時間の腐食試験を行った。

(4) 腐食試験結果

腐食試験結果を表1に示した。この結果から明らかなように比較例の試験片 (No.6~10) では、いずれも腐食量が多く、3~23mg/cm<sup>2</sup>の減量が認められた。特に炭素鋼や鋳鉄の腐食減量が大きく、Cr鋼、ステンレス鋼の減量は比較的少ない。これに対し、本発明のAl拡散層を有する試験片は腐食減量が1.1~9mg/cm<sup>2</sup>の範囲にとどまり、優れた耐食性を示すことが認められた。

【表1】



	No.	試験片材料	Al拡散層の		腐食減量 (mg/cm <sup>2</sup> )
			有	無	
実 施 例	1	SS400	有		3~4
	2	FC200	有		5~8
	3	FCD400	有		7~9
	4	SUS410	有		2~3
	5	SUS304	有		1.1~1.4
比 較 例	6	SS400	無		15~18
	7	FC200	無		18~23
	8	FCD400	無		17~22
	9	SUS410	無		6~9
	10	SUS304	無		3~4

(備考) (1) 試験片は材料毎に3個用いたので、腐食量はその範囲で示した。

(2) 腐食性ガス CF<sub>4</sub> 150ml/min, O<sub>2</sub> 75ml/min

(3) 腐食温度と時間 180°C×10h

【0026】(実施例2) 本実施例では、母材としてFC200、FCD400などの黒鉛を含む鋳鉄を用い、これの表面を脱炭処理した後、Al拡散層を形成する表面処理を行ったものを作成した。

(1) 供試試験片の材質と寸法

- ① 炭素鋼(SS400)
- ② 片状黒鉛鋳鉄(FC200)
- ③ 球状黒鉛鋳鉄(FCD400)
- ④ クロム鋼(SUS410)
- ⑤ ステンレス鋼(SUS304)

試験片寸法は、幅20×長さ30×厚さ5mmである。

(2) 脱炭処理

試験片の脱炭は、大気中で950°C×10時間の熱処理を行うことにより行った。

(3) Al拡散層を有する表面処理

実施例1と同じ

(4) 腐食試験装置および試験条件  
実施例1と同じ

【0027】(5) 腐食試験結果

腐食量を測定した結果を表2に示した。FC200で5~6mg/cm<sup>2</sup>、FCD400で5~6mg/cm<sup>2</sup>の範囲にとどまっており、実施例1(表1)の結果に比較してさらに耐食性は向上した。この原因は黒鉛が存在すると腐食性ガスのCF<sub>4</sub>から解離した原子状のFによって炭素自体が揮発性のCF<sub>4</sub>となって消失するため、黒鉛の直下の母材が無処理状態に置かれ、この部分の腐食損耗量が大きくなったものと思われる。本発明では、予め脱炭処理によって表面に露出している黒鉛を除去した後、Al拡散層を設ける表面処理を施しており、全体が耐食性のよい皮膜に覆われる結果、腐食量が低下したものと考えられる。

【表2】

	No	試験片材料	脱炭処理の 有 無	Al拡散層の 有 無	腐食減量
					(mg/cm <sup>2</sup> )
実施例	1	SS400	無	有	4~6
	2	FC200	無	有	7~12
	3		有	有	5~6
	4	FCD400	無	有	8~13
	5		有	有	5~6
	6	SUS410	無	有	3~4
	7	SUS304	無	有	1.5~1.7
比較例	8	SS400	無	無	30~36
	9	FC200	無	無	35~50
	10	FCD400	無	無	33~46
	11	SUS410	無	無	14~16
	12	SUS304	無	無	5~6

(備考) (1) 試験片は材料毎に3個用いたので、腐食量はその範囲で示した。

(2) 腐食性ガス CF<sub>4</sub> 150ml/min, O<sub>2</sub> 75ml/min, HCl 30ml/min

(3) 腐食温度と時間 180℃×10h

【0028】(実施例3) 本実施例では、母材表面に溶射拡散法およびPVD法によってAlを成膜した後、これを加熱して母材中に拡散させた。

(1) 本発明の表面処理を施した試験片

幅20×長さ30×厚さ5mmの試験片に下記条件にてAl拡散層を有する表面処理層を形成した。

① 金属Alをアーク溶射法によって50μm厚に施工後、これを電気炉中で830℃×8時間の熱処理を行った。この処理ではAl拡散層中のAl濃度に15~27wt%、その上層部には酸化アルミニウム膜によって被覆された93~96wt%の金属Alが残存していた。

【0029】② PVD法によって25μm厚にAl皮膜を形成した後、電気炉中で830℃×5時間の熱処理を行った。この処理では、Al拡散層中のAl濃度は15~25wt%、その上層部は酸化アルミニウム膜で被覆された98~99wt%の金属Alが残存していた。母材の供試材料として次のものを用いた。

(a) 炭素鋼(SS400)

(b) ステンレス鋼(SUS304)

(c) Ni基合金(15wt%Cr-7wt%Fe-2.5wt%Ti-1wt%Nb-残りNi)

【0030】(2) 比較例の試験片

比較例として無処理状態の炭素鋼、ステンレス鋼およびNi基合金を用いた。

(3) 腐食試験装置および腐食条件

腐食試験装置として図2に示す装置を用い、腐食条件として実施例2と同じ条件を採用した。

(4) 試験結果

腐食試験結果を表3に示した。この結果から明らかなように、比較例の試験片は激しい腐食損傷や粒界侵食を受けるが、本発明のAl拡散層を有する皮膜は腐食量が少なく、溶射法やPVD法によってAl被膜を形成した後、加熱拡散処理を施しても十分な耐食性を発揮することが確認された。

【表3】

	No	試験片材料	表面処理の種類	腐食減量
				( $\text{ng}/\text{cm}^2$ )
実施例	1	SS400	溶射・拡散	4~5
	2		PVD・拡散	5~6
	3	SUS304	溶射・拡散	7~11
	4		PVD・拡散	8~10
	5	Ni基合金	溶射・拡散	1.8~2.5
	6		PVD・拡散	2.0~2.4
比較例	7	SS400	無処理	30~36
	8	SUS304	無処理	*15~16
	9	Ni基合金	無処理	4~5

(備考) (1) 試験片は材料毎に3個用いたので、腐食量はその範囲で示した。

(2) 腐食性ガス  $\text{CF}_4$  150ml/min,  $\text{O}_2$  75ml/min,  $\text{HCl}$  30ml/min

(3) 腐食温度と時間  $180^\circ\text{C} \times 10\text{h}$

(4) \*印は、粒界侵食の発生が認められた。

【0031】(実施例4) 本実施例では、腐食性ガスを含むアルゴンガス中で、スパッタリングを行う環境下で用いる場合に好適な本発明のA1拡散層を有する耐食性部材を作成した。

(1) 本発明の表面処理を施した試験片

幅20×長さ50×厚さ3mmのSUS304製の母材を製作後、これを粉末拡散法および溶融A1めっき法によってA1拡散層を形成した。溶融A1めっき法で得られたA1拡散層中のA1濃度は25~35wt%、その上層部に5wt%Si-A1が生成していた。これら試験片は、後述するスパッタリング用のターゲット保持部材及び真空ポンプの排出口に取付けて腐食試験した。

【0032】(2) 比較用の部材

表面処理を施さないSUS304を用いた。

(3) 腐食試験装置および腐食条件

腐食試験装置として、図3に示すスパッタリング装置を用いた。この装置は真空容器31中にターゲット32と被処理体33が配設され、両者は真空容器外に設けられた直流電源34に連結され、ターゲット32は一極、被処理体33は+極となるようになり、両極間に電圧が負荷されるようになっている。真空容器31には、腐食性のガスやアルゴンガスを供給する導入管35が取付けら

れる一方、真空ポンプ36によって系外へ排出できるようになっている。試験は真空ポンプを連結させて、真空容器中の空気を排出した後、アルゴンガスによって圧力を $10^{-2}$ torrにする一方、直流電圧2kVを負荷してスパッタリングを行った。ターゲット32としてアルミニウムを、被処理体33としてSUS304を用いた。また、腐食性のガスとして、アルゴンガスとともに $\text{CF}_4$ 、 $\text{Cl}_2$ をそれぞれ1分間に10ppm連続注入しつつスパッタリングを行った。37はアルミニウム粒子、38はアルゴンガスがプラズマ化した環境を示したものである。試験用部材はターゲット保持具39および真空ポンプ出口40にそれぞれ取付けた。なお腐食性の評価は、試験前後の表面粗さを測定することによって行った。

【0033】(4) 腐食試験結果

腐食試験結果を表4に示した。この結果から明らかなように、比較例の無処理の試験片は、アルゴンガスのみのスパッタリングでは比較的良好的耐食性を示すが、 $\text{CF}_4$ 、 $\text{Cl}_2$ ガスが混入すると表面粗さは5~10倍になった。これに対し本発明の皮膜は、いずれも腐食性ガスが存在していても無処理試験片の20~40%にとどまっており、優れた耐スパッタリング性が認められる。ま

た、真空ポンプ出口に取付けた試験片の表面粗さもほぼスパッタリング環境と同じような傾向を示し、スパッタリングに直接曝されないが、スパッタリング雰囲気にお

いて活性化された腐食性ガスに対しても優れた耐食性を発揮することが明らかとなった。

【表4】

	No.	試験片材料	表面処理の種類	曝露雰囲気	試験面の表面粗さ	試験片の設置場所	
						ターゲット保持具	真空ポンプ出口
実施例	1	SUS304	Al拡散	アルゴンガス	1~1.5 $\mu\text{m}$	2~3 $\mu\text{m}$	2~4 $\mu\text{m}$
	2			腐食性ガス		3~5 $\mu\text{m}$	5~7 $\mu\text{m}$
	3		溶融Al	アルゴンガス	1~1.5 $\mu\text{m}$	2~3 $\mu\text{m}$	2~4 $\mu\text{m}$
	4			腐食性ガス		3~5 $\mu\text{m}$	5~8 $\mu\text{m}$
比較例	5	SUS304	なし	アルゴンガス	1~1.5 $\mu\text{m}$	5~8 $\mu\text{m}$	7~8 $\mu\text{m}$
	6			腐食性ガス		7~12 $\mu\text{m}$	10~15 $\mu\text{m}$

(備考) (1) スパッタリング時間は、3時間

(2) Al拡散処理条件は、850℃×10時間

(3) 溶融Alの処理条件は、710℃×1分間

【0034】(実施例5) 本実施例ではAl拡散層を含む本発明皮膜の耐エロージョン性を調査した。

(1) 本発明の表面処理を施した試験片

幅50×長さ100×厚さ5mmのSUS304およびFC200製の母材試験片に溶融Alめっき法および粉末拡散法を施して試験片表面にAl拡散層を有する皮膜を形成した。

① 溶融Alめっき法: Al-2wt%Si合金の溶融中(660℃)に1分間浸漬

② 粉末拡散法: Al-Fe合金粉末40wt%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粉末59wt%、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  1wt%の混合粉末中で850℃×10時間の処理を行った。

(2) 比較用の試験片

比較用として無処理のSUS304とFC200を用いた。

【0035】(3) 試験方法

日本工業規格JIS R6111(人造研削材)WA

60  $\text{Al}_2\text{O}_3$  研削材を用い、ブラスト角度30°、ブラスト圧力5kgf/cm<sup>2</sup>の条件で、試験片に直接5分間連続して吹付け、試験前後の重量度から耐エロージョン性を評価した。

(4) 試験結果

試験結果を表5に示す。この結果から明らかなように、無処理の試験片(No. 5, 6)は重量変化が大きい。すなわちFC200では800~1200mg/cm<sup>2</sup>、SUS304では300~400mg/cm<sup>2</sup>の重量減少に対し、本発明のAl拡散層を有する皮膜(No. 1~4)は、FC200で510~710mg/cm<sup>2</sup>、SUS304で180~270mg/cm<sup>2</sup>にとどまっており、耐エロージョン性に優れていることが認められた。また溶融Alめっき法、粉末拡散法で得られる皮膜はともに良好な耐エロージョン性を発揮しており、両者間に優劣は見られなかった。

【表5】

	No.	試験片材料	表面処理の種類	減 量
				( $\text{ng}/\text{cm}^2$ )
実 施 例	1	FC200	Al・浸漬	510~680
	2		粉末・拡散	550~710
	3	SUS304	Al・浸漬	180~250
	4		粉末・拡散	190~270
比 較 例	5	FC200	無 処 理	800~1200
	6	SUS304	無 処 理	300~440

(備考) (1) 試験条件 プラスト圧力  $5 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ 、距離100mm、時間10分

(2) 試験片数は1種類につき3個使用した。

#### 【0036】

【発明の効果】以上の実施例で述べたように、本発明のAl拡散層を有する処理層は、高い耐スパッタリング性、プラズマによって励起されたハロゲン化合物に対する優れた耐食性を示すのみならず、プラストエロージョン性に卓越した性能を発揮した。この主要原因は、Alと基材成分との冶金反応による金属間化合物の生成およびその最表層部に形成される $\text{Al}_2\text{O}_3$ 膜の耐食性と良好な密着性によるものとして考えられる。本発明の皮膜は、比較的容易かつ安価に製造できるうえ、処理方法を選択することによって、小さいネジ部材などにも精度高く処理することができるので、適用範囲は頗る広いという特徴がある。したがって、本発明の耐食性部材によって構成された半導体製造プロセス用等の装置は長時間にわたって安定した操業が可能となり、生産性の向上、装置寿命の延長によるコストダウンが期待できる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の処理皮膜の断面構造を模式的に示したものである。

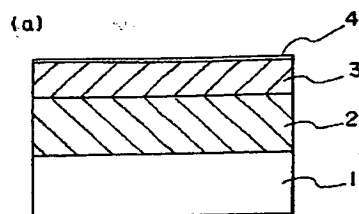
【図2】ハロゲン化合物を含むガスを用いた腐食試験装置の概要を示したものである。

【図3】スパッタリング装置の概要を示したものである。

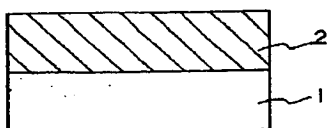
#### 【符号の説明】

- 1 基材
- 2 基材中に侵入したアルミニウムによって生成した拡散層
- 3 アルミニウム層
- 4  $\text{Al}_2\text{O}_3$ （酸化アルミニウム膜）
- 21 試験片
- 22 電気炉
- 23 ステンレス鋼管
- 24 腐食性ガス
- 25 石英放電管
- 26 試験片設置台
- 31 真空容器
- 32 ターゲット
- 33 被処理体
- 34 直流電源
- 35 アルゴンガス導入管
- 36 真空ポンプ
- 37 被処理体表面に付着したターゲットのAl粒子
- 38 アルゴンガスの励起で発生したプラズマ
- 39 ターゲット支持金具に取付けた試験片
- 40 真空ポンプ出口に取付けた試験片

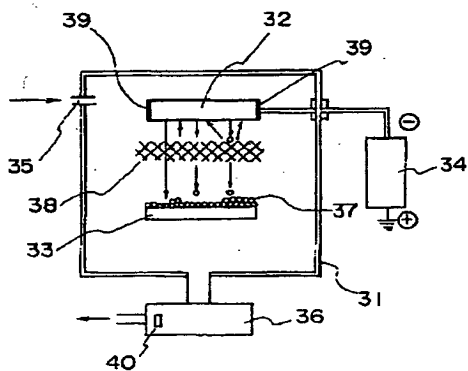
【図1】



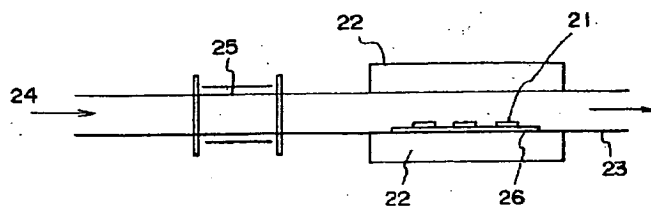
(b)



【図3】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 中浜 修平  
東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
荏原製作所内

(72)発明者 高山 博和  
東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
荏原製作所内

(72)発明者 新村 恵弘  
東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
荏原製作所内

(72)発明者 原田 良夫  
兵庫県神戸市東灘区深江北町4丁目13番4  
号 トーカロ株式会社内

(72)発明者 竹内 純一  
兵庫県神戸市東灘区深江北町4丁目13番4  
号 トーカロ株式会社内

(72)発明者 杉本 克久  
宮城県仙台市太白区人來田2丁目11番18  
号